

食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定

脱氧雪腐镰刀菌烯醇（Deoxynivalenol, DON），又名呕吐毒素，是一种单端孢霉烯族毒素，主要由禾谷镰刀菌和粉红镰刀菌产生。广泛存在于小麦、大麦、玉米等粮食作物中。人和牲畜摄入了被脱氧雪腐镰刀菌烯醇污染的谷物，可产生广泛的毒性效应，不仅引起头昏、呕吐、腹泻、发烧等急性中毒症状，严重时损害造血系统造成死亡。

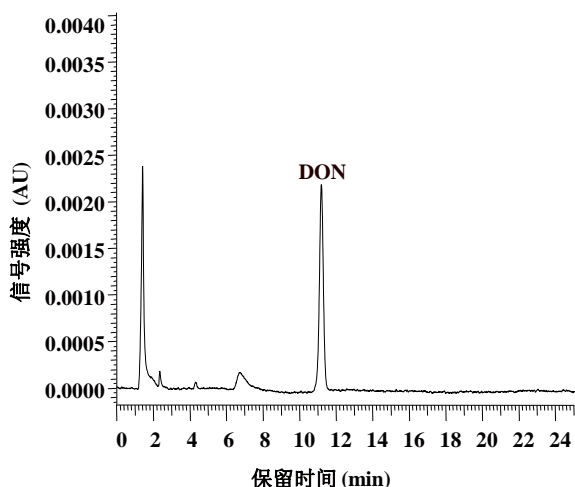
本报告参考GB/T 23503-2009，应用Primaide 系统，采用免疫亲和层析净化法进行样品前处理，对食品中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇进行了测定。样品中未检测到脱氧雪腐镰刀菌烯醇，在样品中加入标准品进行了加标回收率的测定。



Primaide 系统

标准样品测定例

■ 标准样品测定例



脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准样品的色谱图(浓度: 1.0 mg/L)

■ 分析条件

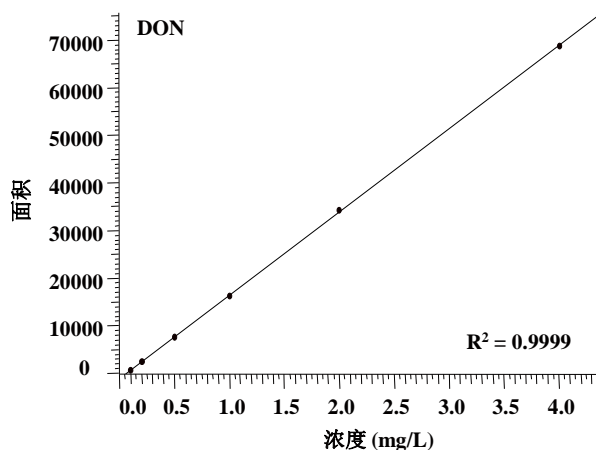
色谱柱 : HITACHI LaChrom C18(5 μm)
 4.6 mm I.D. × 150 mm
 流动相 : CH₃OH/H₂O = 16/84
 流速 : 0.8 mL/min
 柱温 : 35°C
 检测波长 : UV: 218 nm
 进样量 : 10 μL

■ 重现性 (1.0 mg/L 标准溶液, n=6)

成分	DON	
	保留时间	峰面积
NO. 1	11.200	16421
NO. 2	11.200	16575
NO. 3	11.200	16499
NO. 4	11.207	16413
NO. 5	11.200	16556
NO. 6	11.200	16519
AV.	10.201	16489
RSD%	0.03%	0.43%

对脱氧雪腐镰刀菌烯醇标准溶液进行了连续进样测定，得到了良好的重现性。

■ 线性

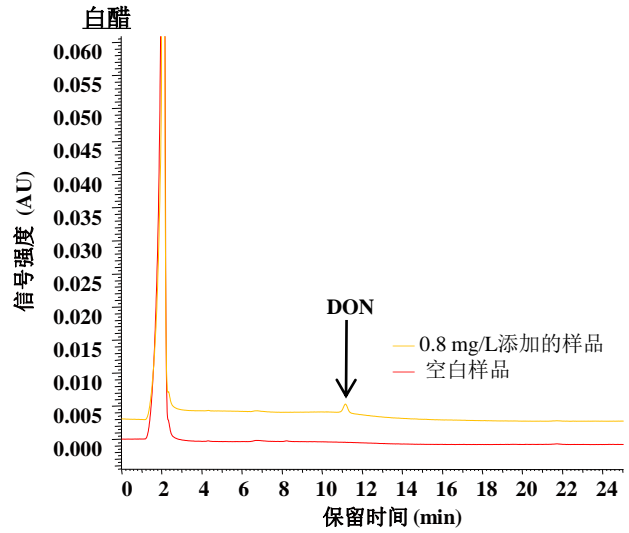
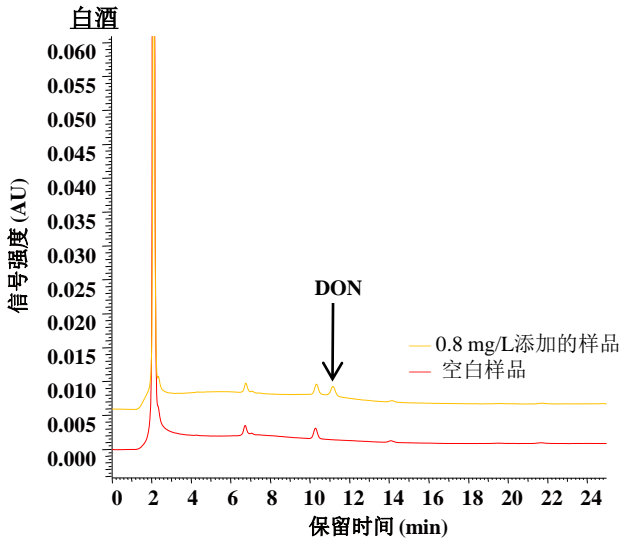


脱氧雪腐镰刀菌烯醇在0.1 ~ 4.0 mg/L标准溶液的浓度范围内得到了 $R^2 = 0.9999$ 良好的线性关系。



样品测定例

样品的测定例



空白样品与添加样品的色谱重叠图

测定结果

样品	成分	添加标准的样品			
		添加的标液浓度 (μg/mL)	添加的量 (μg)	添加标准的样品含量 (μg)	回收率 (%)
白酒	DON	0.8	0.8	0.70	87.50%
白醋		0.8	0.8	0.67	83.75%
酱油		0.4	0.4	0.33	82.50%

对食品中的脱氧雪腐镰刀菌烯醇进行了测定，并在样品中加入标准样品，进行加标回收率的测定，测定结果见上表。

样品前处理方法

酒类



提取: 取脱气酒类或不含二氧化碳的酒类样品20.00 g，置于50 mL的容量瓶中，加入1 g聚乙二醇，用纯水定容至刻度，充分摇匀。

酱油、醋



提取: 取样品25 g，置于100 mL的容量瓶中，加入5 g聚乙二醇，用纯水定容至刻度，充分摇匀，涡旋混合2 min。

免疫亲和净化:



免疫亲和柱: 接于注射器下端

上样: 移取2 mL滤液，注入注射器中，调节压力，使溶液以1滴/s的流速通过



淋洗: 用5 mL PBS清洗缓冲液、5 mL纯水先后淋洗免疫亲和柱，抽干小柱



洗脱: 加入1 mL甲醇洗脱，收集洗脱液，HPLC测定



过滤:

定量滤纸过滤后，用玻璃纤维滤纸过滤至滤液澄清，收集滤液。

仪器配置: Primaide 1110 泵, 1210 自动进样器, 1310 柱温箱, 1410 紫外检测器。

注意: 本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。本仪器只是研究用仪器，而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。